

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-121400

(43)Date of publication of application : 28.04.2000

(51)Int.Cl.

G01F 1/00  
// C23C 14/54  
C23C 16/448

(21)Application number : 10-292458

(71)Applicant : SEIKO EPSON CORP

(22)Date of filing : 14.10.1998

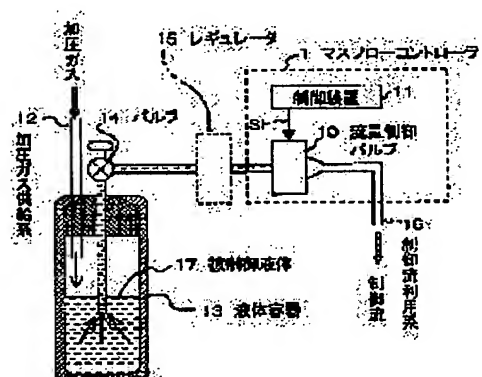
(72)Inventor : YUDASAKA KAZUO

(54) MASS FLOW CONTROLLER, FLOW RATE CONTROL METHOD, LIQUID-PHASE MATERIAL EVAPORATION AND SUPPLY DEVICE AND THIN FILM FORMATION APPARATUS

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a mass flow controller whose temperature control is easy and whose reliability is high.

SOLUTION: In this mass flow controller 1, a control device 11 by which a control signal used to make a liquid-phase material 17 flow out at a prescribed flow rate is supplied to a flow rate control valve 10 is provided, and the flow rate control valve 10 which can control a flow rate by providing a liquid drop output structure used to output the flowing-into liquid-phase material 17 as a liquid drop is provided. Then, while the number of liquid drops which are outputted at one time or their flow rate is adjusted, the flow rate is controlled.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

06.06.2003

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

**\* NOTICES \***

**JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.**

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**CLAIMS**

---

[Claim(s)]

[Claim 1] When it is the massflow controller which controls the flow rate of a liquid-phase ingredient, it has the control device which supplies the control signal for making a liquid-phase ingredient flow out by the predetermined flow rate to a control-of-flow bulb, and the control-of-flow bulb which a liquid-phase ingredient is made to flow and is made to flow out by the predetermined flow rate and said control-of-flow bulb is equipped with the drop output structure which outputs said liquid-phase ingredient which flowed as a drop, it is the massflow controller characterized by to be constituted possible [ control of flow ].

[Claim 2] For producing the diaphragm constituted possible and the volume change corresponding to said control signal, and making said diaphragm transform, it is [ said drop output structure of said control-of-flow bulb ] a massflow controller [ equipped with the piezo electric crystal component formed in said diaphragm possible ] according to claim 1 the pressure room which collects said flowing liquid phase ingredient, and to change the volume of the pressure room concerned by deforming.

[Claim 3] Said drop output structure of said control-of-flow bulb is a massflow controller [ equipped with the heat energy generating object which gives heat energy to said flowing liquid phase ingredient ] according to claim 1.

[Claim 4] It is the massflow controller according to claim 1 which outputs the control signal to which two or more preparations and said control unit choose one or more as from said two or more drop output structures for said drop output structure where said control-of-flow bulb was constituted possible [ an output ] according to the individual in said drop corresponding to said control signal, according to a control flow rate, and said drop is made to output.

[Claim 5] It is the massflow controller according to claim 1 which said control-of-flow bulb is equipped with said drop output structure which consisted of volume per [ which is mutually different in said drop corresponding to said control signal ] unit time amount possible [ an output ] according to the individual, and outputs the control signal to which said control unit chooses one or more as from said drop output structure which outputs a different flow rate according to a control flow rate, and said drop is made to output.

[Claim 6] The liquid phase ingredient evaporation feeder equipped with the massflow controller according to claim 1 further equipped with the evaporation equipment which supplies the energy for making said liquid phase ingredient outputted by the flow rate controlled by said control-of-flow bulb evaporate.

[Claim 7] The liquid phase ingredient evaporation feeder according to claim 1 further equipped with the pressurized container for storing said liquid phase ingredient and supplying the part to said control-of-flow bulb, and the pressurization gas supply system which pours predetermined gas into said pressurized container, and controls the internal pressure of said pressurized container.

[Claim 8] The liquid phase ingredient evaporation feeder according to claim 6 further equipped with the regulator which decompresses the pressure of said liquid phase ingredient supplied from said pressurized container to the pressure which can be inputted into said control-of-flow bulb.

[Claim 9] The thin film deposition system which equips any 1 term of a massflow controller according to claim 1 or claim 6 thru/or claim 8 with the liquid phase ingredient evaporation feeder of a publication, and consists of said control-of-flow bulbs possible [ formation of a thin film ] using said liquid phase ingredient which control of flow was carried out and was outputted.

[Claim 10] The control-of-flow approach characterized by supplying the control signal for making said liquid phase ingredient flow into a control-of-flow bulb equipped with the drop output structure which outputs as a drop said liquid phase ingredient which is the control-of-flow approach which controls the flow rate of a liquid phase ingredient, and flowed by the predetermined flow rate.

[Claim 11] It is the control-of-flow approach according to claim 10 which is the thing to which said control-

of-flow bulb is constituted possible [ an output ] according to the individual in two or more drops, and said control signal chooses one or more drops as to the control-of-flow bulb concerned according to a control flow rate, and it is made to output.

[Claim 12] It is the control-of-flow approach according to claim 10 which is the thing to which said control-of-flow bulb consists of volume per [ mutually different ] unit time amount possible [ an output ] according to the individual in said drop, and one or more is made to choose and output from the flow rate from which said control signal differs to the control-of-flow bulb concerned according to a control flow rate.

---

[Translation done.]

**\* NOTICES \***

**JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.**

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**DETAILED DESCRIPTION**

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention supplies reactant gas to a thin film deposition system, or relates to the massflow controller used for the control of flow at the time of supplying gas to impurity diffusion equipment. the gas which should supply especially this invention -- constant temperature -- the means to maintain is excluded and it is related with the massflow controller which can avoid quantity-of-gas-flow fluctuation.

[0002]

[Description of the Prior Art] The reacting matter used for thin film formation is usually supplied to a thin film deposition system as gas (gaseous phase). In using the ingredient which is a liquid (liquid phase) as reacting matter in a room temperature and ordinary pressure, it uses a liquid ingredient evaporation feeder. In order to control the membraneous quality and thickness of a thin film which are the formation purpose, as for the evaporated gas, a flow rate must be controlled strictly. Therefore, the gas evaporated by the liquid ingredient evaporation feeder is supplied to a flow meter or a massflow controller, and control of flow is carried out in the state of a gaseous phase.

[0003] For example, the liquid ingredient evaporation feeder indicated by the utility model printing official report No. 2557616 consists of a massflow controller 301, a tank 302, a heater 303, etc., as shown in drawing 5. A massflow controller 301 does not control the flow rate of evaporation gas, and is heated at the heater which is not illustrated. A tank 302 is a container to which the liquid phase ingredient 304 is paid. A heater 303 heats a tank 302. A massflow controller, a tank, and a heater are put in by the thermostat, and are maintained by constant temperature by the external temperature controller. The technique similar to this is indicated by JP,64-83666,A and JP,2-261531,A.

[0004] Moreover, the approach through is included in a liquid ingredient, and the liquid ingredient evaporation feeder used for impurity diffusion equipment includes this liquid ingredient as evaporation gas in carrier gas, and supplies carrier gas in the tank which stores the ingredient which should be supplied by the liquid phase as indicated by JP,63-246829,A is used.

[0005] as a configuration of a massflow controller, it is indicated by the patent printing official report No. 2694294, for example -- as -- a conduit -- what detects the flow rate of the evaporation gas which flows inside with a heat type flow rate sensor, and measures a flow rate is developed.

[0006]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, after making the liquid ingredient into evaporation gas, there were some un-arranging in the above-mentioned conventional control-of-flow approach of controlling a flow rate. First, in the above-mentioned conventional liquid ingredient evaporation feeder, since the whole passage of evaporation gas had to be maintained at constant temperature after making a liquid ingredient evaporate, temperature control was made difficult, and energy was wasted and it was. The passage of evaporation gas attains to die length even with the considerable thin film deposition system which uses evaporation gas also including a massflow controller. Many heaters were needed for maintaining such whole long passage at fixed temperature, and those temperature control was needed.

[0007] Moreover, when the flection was in the long path, it low-temperature-ized locally, evaporation gas liquefied, and the problem of changing a quantity of gas flow was also produced in a part of such passage. since it cannot begin to look for such a part low-temperature-ized locally easily -- the constant temperature of the whole passage -- unless the-izing facility was formed, fluctuation of a quantity of gas flow was not able to be prevented.

[0008] Since the control system was arranged near the heat source on structure, the liquid ingredient

evaporation feeder which furthermore contains a massflow controller also had the problem that dependability fell.

[0009] the liquid ingredient evaporation feeder using carrier gas on the other hand -- the constant temperature of evaporation gas -- although-izing was unnecessary, since the carrier gas other than the ingredient needed will be supplied, it was not able to be used for the thin film deposition system.

[0010]

[Means for Solving the Problem] Then, the invention-in-this-application person hit on an idea of the configuration and approach for controlling a minute flow rate correctly instead of a gaseous phase with the liquid phase in view of above-mentioned un-arranging. That is, the 1st technical problem of this invention is offering the massflow controller and the control-of-flow approach of being able to make temperature control easy, holding down flow rate fluctuation and energy waste, and raising dependability by having the structure of changing the flow of a liquid phase ingredient into a drop. The 2nd technical problem of this invention is offering the massflow controller and the control-of-flow approach of being able to make temperature control easy, holding down flow rate fluctuation and energy waste, and raising dependability by illustrating the concrete approach of control of flow. The 3rd technical problem of this invention is offering the liquid phase ingredient evaporation feeder and thin film deposition system which can make temperature control easy, can hold down flow rate fluctuation and energy waste, and can raise dependability by having a configuration suitable for the control-of-flow approach of this invention.

[0011] Invention which solves the 1st technical problem of the above is a massflow controller which controls the flow rate of a liquid phase ingredient, and is equipped with the control device which supplies the control signal for making 1 liquid phase ingredient flow out by the predetermined flow rate to a control-of-flow bulb, and the control-of-flow bulb which 2 liquid phase ingredients are made to flow and is made to flow out by the predetermined flow rate. And a control-of-flow bulb is a massflow controller characterized by being constituted possible [ control of flow ] by having the drop output structure which outputs the liquid phase ingredient which flowed as a drop.

[0012] A "liquid phase ingredient" means the ingredient (for example, tetraethyl alt.silicate (TEOS)) which is the liquid phase in ordinary temperature and was equipped with the viscosity in which an output is possible from the control-of-flow bulb here. A "control signal" says the bundle of the signal for driving two or more piezo electric crystal components, respectively, and also when the amplitude of a pulse and a frequency differ from a wave etc., it includes it. "Drop output structure" shall mean the structure based on the ink jet method of for example, a form on demand or a continuous form, and a piezo jet type and a bubble jet type shall be included.

[0013] For example, producing the volume change corresponding to the pressure room which collects the liquid phase ingredient which carries out 1 inflow of the drop output structure of a control-of-flow bulb, the diaphragm with which changing the volume of the pressure room concerned by carrying out 2 deformation was constituted possible, and three control signals, and making a diaphragm transform is equipped with the piezo electric crystal component formed in the diaphragm possible. This is related with the structure of a piezo jet type.

[0014] For example, the drop output structure of a control-of-flow bulb is equipped with the heat energy generating object which gives heat energy to said flowing liquid phase ingredient. This is related with the structure of a bubble jet type.

[0015] A control-of-flow bulb is equipped with two or more drop output structures constituted possible [ an output ] according to the individual in the drop corresponding to the control signal in invention which solves the 2nd technical problem of the above. And a control unit outputs the control signal to which choose one or more as from two or more drop output structures according to a control flow rate, and a drop is made to output.

[0016] Moreover, a control-of-flow bulb is equipped with the drop output structure which consisted of volume per [ which is mutually different in a drop corresponding to a control signal ] unit time amount possible [ an output ] according to the individual as other configurations. And a control unit outputs the control signal to which choose one or more as from the drop output structure which outputs a different flow rate according to a control flow rate, and a drop is made to output.

[0017] Invention which solves the 3rd technical problem of the above is the liquid phase ingredient evaporation feeder equipped with the massflow controller of this invention further equipped with the evaporation equipment which supplies the energy for making the liquid phase ingredient outputted by the flow rate controlled by the control-of-flow bulb evaporate. With "evaporation equipment", it is constituted possible [ supply of energy, such as heat and light, ] by the drop which reached the target, or the drop under

flight.

[0018] Moreover, the above-mentioned liquid phase ingredient evaporation feeder may be equipped with the pressurization gas supply system which pours predetermined gas into the pressurized container for storing 1 liquid phase ingredient and supplying the part to a control-of-flow bulb, and two pressurized containers, and controls the internal pressure of a pressurized container.

[0019] Furthermore, the above-mentioned liquid phase ingredient evaporation feeder may be further equipped with the regulator which decompresses the pressure of the liquid phase ingredient supplied from the pressurized container to the pressure which can be inputted into a control-of-flow bulb.

[0020] Invention which solves other 3rd technical problem of the above is a thin film deposition system which is equipped with the massflow controller of this invention, or a liquid phase ingredient evaporation feeder, and consists of control-of-flow bulbs possible [ formation of a thin film ] using the liquid phase ingredient which control of flow was carried out and was outputted. A "thin film deposition system" means the equipment with which thin film formation is constituted possible using the gaseous-phase ingredient or minute drop particle of vapor growth equipments, such as a manufacturing installation in which physical vapor depositions, such as a vacuum evaporation system and a sputtering system, are possible, and CVD film growth equipment, and an oxidation furnace and others.

[0021] Invention which solves the 1st technical problem of the above is the control-of-flow approach which controls the flow rate of a liquid phase ingredient, and is the control-of-flow approach characterized by supplying the control signal for making a liquid phase ingredient flow into a control-of-flow bulb equipped with the drop output structure which outputs the liquid phase ingredient which flowed as a drop by the predetermined flow rate.

[0022] The control-of-flow bulb is constituted possible [ an output ] according to the individual in two or more drops, and a control signal makes one or more drops choose and output to the control-of-flow bulb concerned in invention which solves the 2nd technical problem of the above according to a control flow rate.

[0023] Moreover, the control-of-flow bulb consists of volume per [ mutually different ] unit time amount possible [ an output ] according to the individual in the drop, and a control signal makes one or more choose and output from a different flow rate according to a control flow rate to the control-of-flow bulb concerned in other invention which solves the 2nd technical problem of the above.

[0024]

[Embodiment of the Invention] Next, the gestalt of suitable operation of this invention is explained, referring to a drawing.

(Operation gestalt 1) The operation gestalt 1 of this invention is related with a massflow controller usable as ingredient installation equipment of a thin film deposition system. The block diagram of the flow rate controlling mechanism of the operation gestalt 1 is shown in drawing 1 . This flow rate controlling mechanism consists of a massflow controller 1, the pressurization gas supply system 12, a liquid container 13, a bulb 14, and a regulator 15, as shown in drawing 1 .

[0025] The massflow controller 1 is constituted by the control-of-flow bulb 10 and the control unit 11. The control-of-flow bulb 10 inputted the liquid phase ingredient, and is equipped with the configuration in which an output is possible as a drop. Specifically, it has an ink jet type recording head as shown in drawing 2 and drawing 3 R> 3, and similar structure. That is, the control-of-flow bulb 10 is equipped with the nozzle plate 110, the pressure room substrate 120, the diaphragm 130, the piezo electric crystal component 140, etc.

[0026] The pressure room substrate 120 operates a silicon substrate orthopedically in a special configuration by etching, and is manufactured, and the pressure room (cavity) 121, the feed hopper 122, and the reservoir 123 are formed. The pressure room 121 is a space field which carries out the \*\* style of the liquid phase ingredient before an output, and it is constituted so that it may take to vibration of a diaphragm 130 and internal pressure may change. The feed hopper 122 serves as a path which supplies the controlled style Fin which flowed into the reservoir 123 to the pressure room 121. The \*\* style of a reservoir 123 has become possible about the liquid phase ingredient supplied from the regulator 15.

[0027] The diaphragm 130 is formed with the ingredient which has elasticity, for example, oxidation silicon, and nothing and changing the internal pressure of a pressure room by vibrating are prepared possible in the whole surface of the pressure room 121.

[0028] The piezo electric crystal component 140 is constituted by the lower electrode 141, the piezo electric crystal thin film 142, and the up electrode 143, and by impressing driver voltage Sh between two electrodes, it is constituted so that a volume change may be produced. The lower electrode 141 and the up electrode 143 consider the stable matter, for example, platinum, as a presentation, and are formed by the spatter etc. The

piezo electric crystal thin film 142 consists of a crystal of a ferroelectric with a perovskite crystal structure, for example, PZT, (PZT), and forms and consists of predetermined configurations on the diaphragm 130. Although the lower electrode 141 is formed in the field large as a common electrode in drawing 2, patterning may be carried out to the same configuration as the up electrode 143.

[0029] A nozzle plate 110 is stuck with the pressure room substrate 120 so that the nozzle 111 may be arranged in the location corresponding to each of the pressure room 121 established in the pressure room substrate 120. [ two or more ] The drop output structure of this invention which is a smallest unit for carrying out the regurgitation of the drop is constituted by the above-mentioned pressure room 121, the feed hopper 122, the piezo electric crystal component 140, and the nozzle 111. The path from which some differ is set to the nozzle 111 prepared in a nozzle plate 110. The diameter of a nozzle supports the volume of the liquid phase ingredient breathed out by one drive of the piezo electric crystal component 140. For this reason, making the volume of a drop change by which piezo electric crystal component 140 is driven is constituted possible.

[0030] The control unit 11 is equipped with the configuration as a computer apparatus. That is, the control-of-flow bulb 10 constitutes the driving signal Sh which corresponds to predetermined timing possible [ an output ] by having CPU, RAM, ROM, a fixed disk, an interface, etc., although not illustrated, and performing the program which directs a manufacture procedure by time series.

[0031] The pressurization gas supply system 12 supplies pressurization gas so that it may have the device in which a fixed pressure is applied to the controlled liquid ingredient 17 in a liquid container 13, for example, the liquid-container 13 interior may be maintained by the constant pressure with a compressor and a regulator. The pressurization gas to supply is stable gas which melts into the liquid ingredient 17 or does not react. A liquid container 13 carries out sealing storage of the liquid ingredient 17 used by the control style use system 16 after control of flow, and equips the pressure applied by the pressurization gas supply system 12 with the structure of bearing enough. It connects with the pipe to which the controlled liquid ingredient 17 pushed up out of a liquid container 13 is led, and the bulb 14 is manually constituted controllable in supply of the liquid ingredient 17. When a regulator 15 has the pressure of the liquid ingredient 17 supplied from a liquid container 13 too high for inputting into the control-of-flow bulb 10, reduced pressure of the controlled style of it is attained. However, if the controlled style outputted from a liquid container 13 is equipped with the proper pressure which can be inputted into the direct control-of-flow bulb 10, this regulator 15 is an unnecessary component.

[0032] The liquid ingredient 17 needs to be equipped with the viscosity in which the regurgitation is possible from the nozzle by the control-of-flow bulb 10 which operates in ordinary temperature, although it is the ingredient used by the control style use system 16 using this of course. That is, the liquid ingredient 17 is the liquid phase in ordinary temperature ordinary pressure, and it is desirable that the viscosity is below the number cp. For example, tetraethyl alt.silicate (TEOS) is mentioned as such a liquid ingredient 17. TEOS is equipped with the viscosity for which it was suitable in order for viscosity to make it output in ordinary temperature from 0.5 - 0.8cp and the control-of-flow bulb of this invention. TEOS is used in order to form the oxidation silicon film in a semi-conductor wafer side with vacuum deposition.

[0033] (Operation) In the above-mentioned configuration, if the pressurization gas supply system 12 is made to drive and a constant pressure is supplied to a liquid container 13, it will be pushed on the pressure of pressurization gas and the liquid ingredient 17 will go up a pipe. If a bulb 14 is opened wide, the liquid ingredient 17 will be supplied and decompressed by the regulator 15, and will be supplied to the massflow controller 1 of this invention as a controlled style.

[0034] A massflow controller 1 performs control of flow because a control unit 11 generates the suitable driving signal Sh with reference to the control flow rate specified by the program. The circulation control bulb 10 shall be equipped with n drop output structures (n is the natural number) (from the 1st to the n-th) here. Pm of the pulse number per [ which the driving signal Sh added to the m-th drop output structure (1 <= m <= n) has ] unit time amount is carried out. The m-th piezo electric crystal component 140 drives, and when the internal pressure of the pressure room 121 increases, the one amount of drops breathed out from the nozzle 111 is set to Vm. Furthermore, in confirming the m-th piezo electric crystal component, it shall set with bm=1 about the multiplier bm which determines the existence of nozzle use, and in being invalid, it shall set with bm=0. At this time, the flow rate V per unit time amount of the total control style sigmaFout (namely, the rate of flow) is [0035].

[Equation 1]



$$V = b_1 \cdot P_1 \cdot V_1 + b_2 \cdot P_2 \cdot V_2 + \dots + b_n \cdot P_n \cdot V_n$$

$$= \sum_{m=1}^n b_m \cdot P_m \cdot V_m$$

[0036] It becomes. The amount  $V_m$  of drops from a nozzle is considered to be the physical constant which becomes settled according to the path of a nozzle 111, the structure of the pressure room 121, etc. In the above-mentioned formula, if the existence ( $b_m$ ) of a drive of each piezo electric crystal component 140 and the pulse number (frequency) ( $P_m$ ) of the driving signal  $Sh$  to supply are changed suitably, the whole control flow rate can be changed. Therefore, if a control unit 11 supplies the control signal  $Sh$  which was made to correspond to a schedule control flow rate, and adjusted the above-mentioned variable to the control-of-flow bulb 10, the liquid ingredient 17 can be made to breathe out by the prearranged flow rate.

[0037] If its attention is paid to each pressure room, whenever the pulse of a driving signal  $Sh$  is supplied, as it is shown in drawing 2, with the piezo electric crystal component set to  $b_m=1$  by the above-mentioned formula, the piezo electric crystal component 140 will deform in the direction of  $D1$ . Since the piezo electric crystal component 140 is stuck by the diaphragm 130, if the piezo electric crystal component 140 deforms, a diaphragm 130 will also bend in the direction of  $D2$ . The internal pressure of the pressure room 121 interior is raised by this actuation, and the drop of the liquid ingredient 17 is outputted as a control style  $F_{out}$  from a nozzle 111.

[0038] Since the flow rate of a liquid ingredient is controllable only by supply of a driving signal according to this operation gestalt 1 as described above, the temperature control of a supply path is unnecessary like the conventional massflow controller, flow rate fluctuation does not arise, and energy is not wasted. Moreover, the heating-type tank which was used for the conventional liquid ingredient evaporation feeder is also unnecessary. Therefore, the configuration of a liquid ingredient feeder style including a massflow controller is made to a compact.

[0039] Especially according to this operation gestalt 1, since a control style serves as a drop of a detailed path, it is supplied in the in-between condition of a gaseous phase and the liquid phase. Therefore, without carrying out evaporation processing, since the direct supply to reaction chambers, such as a thin film deposition system, is possible, it is also possible to save equipment and energy required for evaporation conventionally.

[0040] Moreover, if a pulse number is changed as a driving signal, the control flow rate outputted to unit time amount can be changed. If the amount of drops is changed in two or more flow rate control structures as a driving signal, the control flow rate outputted to per pulse can be changed by choosing the piezo electric crystal component which supplies a pulse.

[0041] Moreover, according to this operation gestalt 1, it is controllable in the range very large from the flow rate (several SCCM thru/or several 100 SCCM(s)) used for usual in a control flow rate to the order of 10-9SCCM. The path of the nozzle 111 shown in drawing 2 can be chosen in several micrometers thru/or several mm. And the pulse frequency for making a drop breathe out from the nozzle concerned is selectable 100 thru/or in 104Hz. For example, it is possible to make spherical \*\*\*\* with a diameter of 10 micrometers breathe out from a nozzle with a diameter of several micrometers. The volume of this drop is abbreviation  $0.5 \times 10^{-9} \text{cc}$ . Supposing this \*\*\*\* is partly breathed out in 1 minute, a flow rate will become the order of 10-9SCCM. Therefore, in elegance, the control of flow of the impossible ultralow volume becomes possible conventionally by choosing suitably the diameter of a nozzle, the frequency of a pulse, and the number of nozzles.

[0042] If the control of flow of such ultralow volume is used for the thin film formation by a CVD system etc., the thin film which was excellent in quality, the thin film from which membraneous quality changes in the thickness direction can be formed with a sufficient precision.

[0043] Furthermore, if the massflow controller of this invention is used, it will also become possible to impurity diffusion equipment to diffuse a low-concentration impurity from before. For example, when only three or more  $1 \times 10^{20}/\text{cm}^3$  high impurity concentration is able to be treated conventionally, according to this massflow controller, low-concentration diffusion like three to  $1 \times 10^{19}/\text{cm}^3$  of  $1 \times 10^{17}/\text{cm}^3$  also becomes possible.

[0044] (Operation gestalt 2) The operation gestalt 2 of this invention is related with the liquid phase ingredient evaporation feeder which equipped further the flow rate controlling mechanism of the above-mentioned operation gestalt 1 with the evaporation means. The block diagram of the liquid phase ingredient evaporation feeder of the operation gestalt 2 is shown in drawing 4. This liquid phase ingredient



evaporation feeder consists of a massflow controller 1, the pressurization gas supply system 12, a liquid container 13, a bulb 14, a regulator 15, drop evaporation equipment 20, and a heater 21, as shown in drawing 4 . Since it is the same as that of the above-mentioned operation gestalt 1 about a massflow controller 1, the pressurization gas supply system 12, a liquid container 13, a bulb 14, and a regulator 15, the same sign is attached and the explanation is omitted.

[0045] Drop evaporation equipment 20 is equipment which makes the control style outputted from the control-of-flow bulb 10 evaporate, and the control style constitutes predetermined energy possible [ supply ]. Supply of energy can consider the approach by light or heat. For example, heating at a heater, the laser beam exposure, and the lamp exposure are constituted possible. The structure made to evaporate with heat or light is employable during flight of a drop besides the structure evaporated after making the drop outputted from the nozzle 111 of the control-of-flow bulb 10 still more specifically reach the target on a plate. However, there is no limitation in the structure of drop evaporation equipment, and if it is the configuration which can change a drop to evaporation gas, it is applicable to this operation gestalt.

[0046] The heater 21 is constituted possible [ heating ] covering the whole supply path of the evaporation gas supplied to a thin film deposition system etc. However, since the massflow controller 1 of this invention is constituted possible [ an input ] with a liquid phase ingredient, compared with the conventional massflow controller, it detaches distantly [ liquid container / 13 / which stores a liquid ingredient ], and it can be arranged. For this reason, it is possible by arranging a massflow controller 1 near the thin film deposition system to shorten the supply path of evaporation gas as much as possible. Therefore, the die length of the pipe which a heater 21 equips can be far shortened compared with the conventional thing.

[0047] According to the operation gestalt 2 which was described above, the same effectiveness as the above-mentioned operation gestalt 1 is done so, and also since the massflow controller was constituted from the liquid phase possible [ control of flow ], it is possible to arrange evaporation equipment near [ a thin film deposition system etc. ]. therefore, the constant temperature needed after considering as evaporation gas even if it is the case where it has the same evaporation equipment as usual -- it is possible to shorten the die length of the heater for-izing as much as possible. Therefore, temperature control is easy and the futility of flow rate fluctuation or energy can offer little liquid phase ingredient evaporation feeder.

[0048] (Other modifications) this invention can be deformed and applied to versatility, without being restrained by the configuration of the above-mentioned operation gestalt For example, the structure of a control-of-flow bulb may be the piezo jet method of the continuous system which outputs the drop other than a piezo jet method of a form on demand like the above-mentioned operation gestalt 1 continuously. Moreover, the Bubble Jet which makes a liquid phase ingredient produce air bubbles with an exoergic means, and makes a drop breathe out by the pressure may be adopted.

[0049] moreover, various supply structures of the liquid ingredient to a massflow controller are also boiled, and a design change is possible for them. For example, as long as ordinary pressure supply is possible, a liquid container may be arranged on a control-of-flow bulb like the ink tank in an ink jet type recording head, and you may constitute so that a liquid ingredient may be supplied to the control-of-flow bulb 10 by self-weight. Moreover, since the control style outputted from the massflow controller of this invention consists of minute drops in which the direct supply to the reaction chamber of a thin film deposition system is possible, it may make one thin film deposition system constitute on the whole by arranging this massflow controller to the ingredient induction to a reaction chamber.

[0050]

[Effect of the Invention] According to this invention, since it had the configuration convertible into a drop for the flow of a liquid phase ingredient, temperature control can be made easy, flow rate fluctuation and energy waste can be held down, and the massflow controller and the control-of-flow approach of raising dependability can be offered. Since it constituted possible [ control of flow ] by changing the number and volume of a drop according to this invention, temperature control can be made easy, flow rate fluctuation and energy waste can be held down, and the massflow controller and the control-of-flow approach of raising dependability can be offered. Since according to this invention it had the massflow controller of this invention and had the structure of being further suitable for this, temperature control can be made easy, flow rate fluctuation and energy waste can be held down, and the liquid phase ingredient evaporation feeder and thin film deposition system which can raise dependability can be offered.

---

[Translation done.]

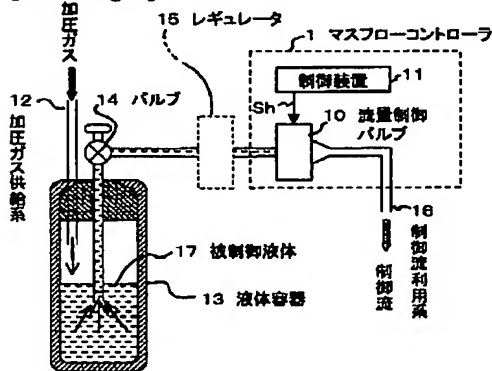
## \* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

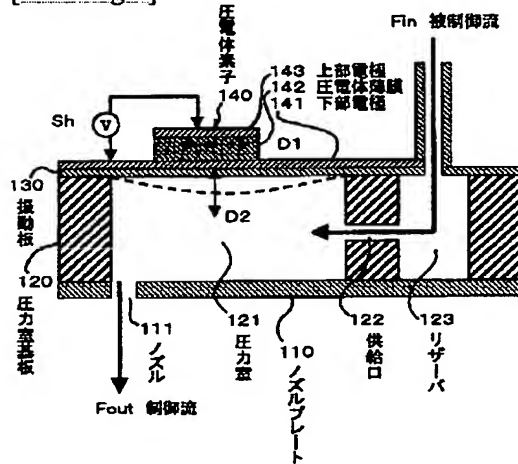
1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

## DRAWINGS

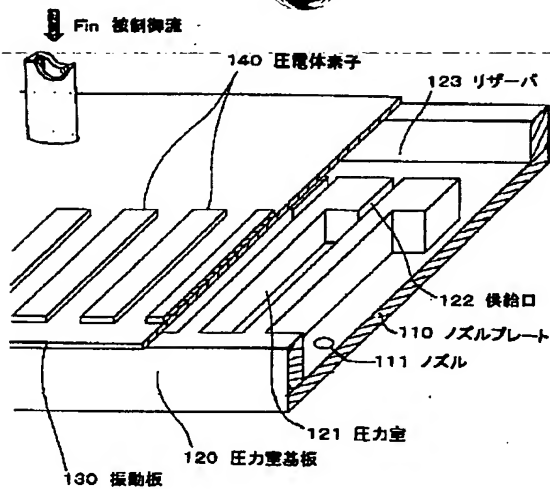
[Drawing 1]



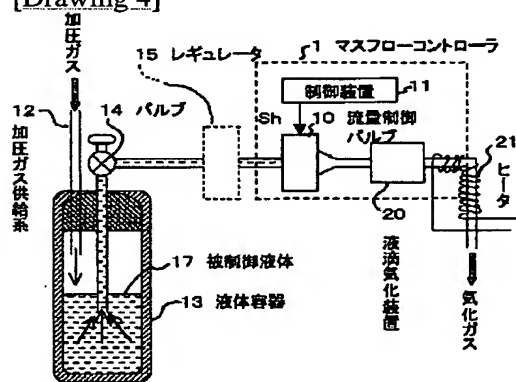
[Drawing 2]



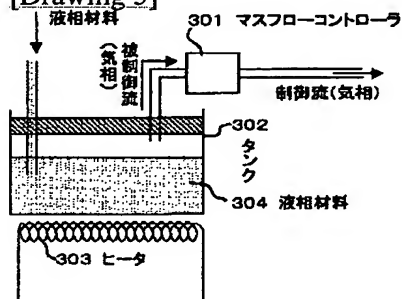
[Drawing 3]



[Drawing 4]



[Drawing 5]



[Translation done.]

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-121400

(43)Date of publication of application : 28.04.2000

(51)Int.Cl.

G01F 1/00  
// C23C 14/54  
C23C 16/448

(21)Application number : 10-292458

(71)Applicant : SEIKO EPSON CORP

(22)Date of filing : 14.10.1998

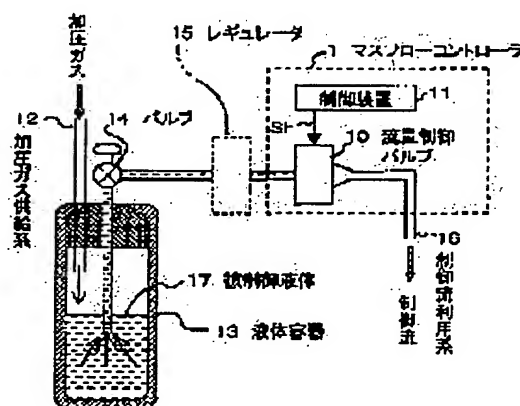
(72)Inventor : YUDASAKA KAZUO

**(54) MASS FLOW CONTROLLER, FLOW RATE CONTROL METHOD, LIQUID- PHASE MATERIAL EVAPORATION AND SUPPLY DEVICE AND THIN FILM FORMATION APPARATUS**

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a mass flow controller whose temperature control is easy and whose reliability is high.

SOLUTION: In this mass flow controller 1, a control device 11 by which a control signal used to make a liquid-phase material 17 flow out at a prescribed flow rate is supplied to a flow rate control valve 10 is provided, and the flow rate control valve 10 which can control a flow rate by providing a liquid drop output structure used to output the flowing-into liquid-phase material 17 as a liquid drop is provided. Then, while the number of liquid drops which are outputted at one time or their flow rate is adjusted, the flow rate is controlled.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

06.06.2003

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2000-121400

(P2000-121400A)

(43)公開日 平成12年4月28日(2000.4.28)

| (51)Int.Cl. <sup>7</sup> | 識別記号 | F I           | テマコード <sup>*</sup> (参考) |
|--------------------------|------|---------------|-------------------------|
| G 0 1 F 1/00             |      | G 0 1 F 1/00  | X 2 F 0 3 0             |
| // C 2 3 C 14/54         |      | C 2 3 C 14/54 | C 4 K 0 2 9             |
| 16/448                   |      | 16/44         | C 4 K 0 3 0             |

審査請求 未請求 請求項の数12 O L (全 8 頁)

(21)出願番号 特願平10-292458

(22)出願日 平成10年10月14日(1998.10.14)

(71)出願人 000002369

セイコーエプソン株式会社

東京都新宿区西新宿2丁目4番1号

(72)発明者 湯田坂 一夫

長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式会社内

(74)代理人 100079108

弁理士 稲葉 良幸 (外2名)

Fターム(参考) 2F030 CA04 CC01 CC11 CF05

4K029 DA04 EA04

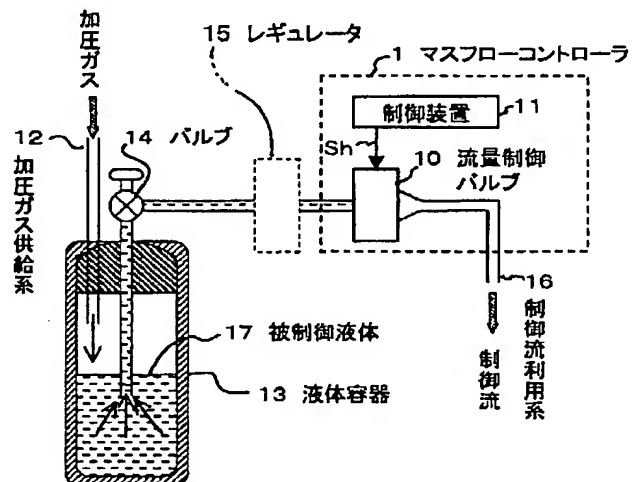
4K030 EA03 JA05

(54)【発明の名称】 マスフローコントローラ、流量制御方法、液相材料気化供給装置および薄膜形成装置

(57)【要約】

【課題】 温度制御が容易で信頼性の高いマスフローコントローラを提供する。

【解決手段】 このマスフローコントローラ(1)は、液相材料(17)を所定流量で流出させるための制御信号を流量制御バルブ(10)に供給する制御装置(11)、および流入した前記液相材料(17)を液滴として出力する液滴出力構造を備えることにより流量制御可能に構成されている流量制御バルブ(10)と、を備えている。そして一時に出力する液滴の数やその液量を調整することで、流量を制御する。



**【特許請求の範囲】**

【請求項 1】 液相材料の流量を制御するマスフローコントローラであって、  
液相材料を所定流量で流出させるための制御信号を流量制御バルブに供給する制御装置と、  
液相材料を流入させ所定の流量で流出させる流量制御バルブと、を備え、  
前記流量制御バルブは、流入した前記液相材料を液滴として出力する液滴出力構造を備えることにより流量制御可能に構成されていることを特徴とするマスフローコントローラ。

【請求項 2】 前記流量制御バルブの前記液滴出力構造は、流入する前記液相材料を貯める圧力室と、変形することにより当該圧力室の体積を変化させることが可能に構成された振動板と、前記制御信号に対応した体積変化を生じ前記振動板を変形させることが可能に前記振動板に形成された圧電体素子と、を備えている請求項 1 に記載のマスフローコントローラ。

【請求項 3】 前記流量制御バルブの前記液滴出力構造は、流入する前記液相材料に熱エネルギーを与える熱エネルギー発生体を備えている請求項 1 に記載のマスフローコントローラ。

【請求項 4】 前記流量制御バルブは、前記制御信号に対応して前記液滴を個別に出力可能に構成された前記液滴出力構造を複数備え、

前記制御装置は、制御流量に応じて複数の前記液滴出力構造から 1 以上を選択して前記液滴を出力させる制御信号を出力する請求項 1 に記載のマスフローコントローラ。

【請求項 5】 前記流量制御バルブは、前記制御信号に対応して前記液滴を互いに異なる単位時間当たりの流量で個別に出力可能に構成された前記液滴出力構造を備え、

前記制御装置は、制御流量に応じて異なる流量を出力する前記液滴出力構造から 1 以上を選択して前記液滴を出力させる制御信号を出力する請求項 1 に記載のマスフローコントローラ。

【請求項 6】 前記流量制御バルブにより制御された流量で出力された前記液相材料に、気化させるためのエネルギーを供給する気化装置をさらに備える請求項 1 に記載のマスフローコントローラを備えた液相材料気化供給装置。

【請求項 7】 前記液相材料を貯蔵しその一部を前記流量制御バルブに供給するための圧力容器と、  
前記圧力容器に所定のガスを注入して前記圧力容器の内圧を制御する加圧ガス供給系と、をさらに備えた請求項 1 に記載の液相材料気化供給装置。

【請求項 8】 前記圧力容器から供給された前記液相材料の圧力を前記流量制御バルブに入力可能な圧力に減圧するレギュレータをさらに備えた請求項 6 に記載の液相

材料気化供給装置。

【請求項 9】 請求項 1 に記載のマスフローコントローラまたは請求項 6 乃至請求項 8 のいずれか一項に記載の液相材料気化供給装置を備え、前記流量制御バルブから流量制御されて出力された前記液相材料を使用して薄膜を形成可能に構成されている薄膜形成装置。

【請求項 10】 液相材料の流量を制御する流量制御方法であって、  
流入した前記液相材料を液滴として出力する液滴出力構造を備える流量制御バルブに、前記液相材料を所定流量で流出させるための制御信号を供給することを特徴とする流量制御方法。

【請求項 11】 前記流量制御バルブは、複数の液滴を個別に出力可能に構成されているものであって、前記制御信号は、当該流量制御バルブに対し、制御流量に応じて 1 以上の液滴を選択して出力させるものである請求項 10 に記載の流量制御方法。

【請求項 12】 前記流量制御バルブは、互いに異なる単位時間当たりの流量で前記液滴を個別に出力可能に構成されているものであって、前記制御信号は、当該流量制御バルブに対し、制御流量に応じて異なる流量から 1 以上を選択して出力させるものである請求項 10 に記載の流量制御方法。

**【発明の詳細な説明】****【0001】**

【発明の属する技術分野】本発明は、薄膜形成装置に反応ガスを供給したり、不純物拡散装置にガスを供給する際の流量制御に使用するマスフローコントローラに係わる。特に、本発明は、供給すべきガスを恒温維持する手段を省き、ガス流量変動を回避しうるマスフローコントローラに関する。

**【0002】**

【従来の技術】薄膜形成に用いられる反応物質は、通常、ガス（気相）として薄膜形成装置に供給される。室温・常圧において液体（液相）である材料を反応物質として用いる場合には、液体材料気化供給装置を用いる。形成目的である薄膜の膜質や膜厚を制御するために、気化されたガスは厳密に流量が制御されなければならない。そのため、液体材料気化供給装置により気化されたガスは、フローメータやマスフローコントローラに供給され気相状態で流量制御される。

【0003】例えば、実用新案掲載公報第 2557616 号に記載された液体材料気化供給装置は、図 5 に示すように、マスフローコントローラ 301、タンク 302 およびヒータ 303 などで構成されている。マスフローコントローラ 301 は気化ガスの流量を制御するもので、図示しないヒータで加熱される。タンク 302 は液相材料 304 を容れる容器である。ヒータ 303 はタンク 302 を加熱する。マスフローコントローラ、タンク およびヒータとも恒温槽に入れられ、外部の温度コント

ローラにより一定温度に維持される。これと類似の技術が、特開昭64-83666号公報や特開平2-261531号公報にも記載されている。

【0004】また不純物拡散装置に用いられる液体材料気化供給装置は、例えば特開昭63-246829号公報に記載されているように、供給すべき材料を液相で貯蔵するタンクにおいて、液体材料にキャリアガスを通し、キャリアガス中にこの液体材料を気化ガスとして含ませて供給するという方法が用いられている。

【0005】マスフローコントローラの構成としては、例えば特許掲載公報第2694294号に記載されているように、導管内を流れる気化ガスの流量を熱式流量センサで検出して流量を計測するものが開発されている。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、液体材料を気化ガスにしてから流量を制御するという上記従来の流量制御方法にはいくつかの不都合があった。まず、上記従来の液体材料気化供給装置では、液体材料を気化させた後に気化ガスの流路全体を恒温に保たなければならなかったため、温度制御を困難にし、エネルギーを浪費していた。気化ガスの流路は、マスフローコントローラも含め、気化ガスを使用する薄膜形成装置まで相当の長さに及ぶ。このような長い流路全体を一定の温度に保つには多くのヒータを必要とし、それらの温度制御が必要となっていた。

【0007】また長い経路に屈曲部があると、このような流路の一部では局部的に低温化して気化ガスが液化し、ガス流量が変動してしまうという問題も生じていた。このような局部的に低温化した箇所は、容易には探せ出せないため、流路全体の恒温化設備を設けない限り、ガス流量の変動を防ぐことができなかった。

【0008】さらにマスフローコントローラを含む液体材料気化供給装置は、構造上その制御系が熱源の近くに配置されるため、信頼性が低下するという問題もあった。

【0009】一方、キャリアガスを用いる液体材料気化供給装置では、気化ガスの恒温化は不要であるが、必要とされる材料の他にキャリアガスが供給されてしまうため、薄膜形成装置に使用することはできなかった。

【0010】

【課題を解決するための手段】そこで本願発明者は上記不都合に鑑み、気相に代わり液相のまま微小な流量を正確に制御するための構成および方法を想到した。すなわち、本発明の第1の課題は、液相材料の流れを液滴に変換する構造を備えることにより、温度制御を容易にし、流量変動やエネルギー浪費を抑え、信頼性を高めることのできるマスフローコントローラおよび流量制御方法を提供することである。本発明の第2の課題は、流量制御の具体的な方法を例示することにより、温度制御を容易にし、流量変動やエネルギー浪費を抑え、信頼性を高め

ることのできるマスフローコントローラおよび流量制御方法を提供することである。本発明の第3の課題は、本発明の流量制御方法に適する構成を備えることにより、温度制御を容易にし、流量変動やエネルギー浪費を抑え、信頼性を高めることのできる液相材料気化供給装置および薄膜形成装置を提供することである。

【0011】上記第1の課題を解決する発明は、液相材料の流量を制御するマスフローコントローラであって、1)液相材料を所定流量で流出させるための制御信号を流量制御バルブに供給する制御装置、2)液相材料を流入させ所定の流量で流出させる流量制御バルブと、を備える。そして流量制御バルブは、流入した液相材料を液滴として出力する液滴出力構造を備えることにより流量制御可能に構成されていることを特徴とするマスフローコントローラである。

【0012】ここで「液相材料」とは、常温で液相であって流量制御バルブから出力可能な粘度を備えた材料（例えばテトラエチルオルトシリケート（TEOS））をいう。「制御信号」は例えば複数の圧電体素子をそれぞれ駆動するための信号の束をいい、パルスの振幅、周波数、波形などが異なる場合も含む。「液滴出力構造」とは、例えばオンデマンド形またはコンティニュアス形のインクジェット方式に基づく構造をいい、ピエゾジェット式やバブルジェット式を含むものとする。

【0013】例えば、流量制御バルブの液滴出力構造は、

- 1) 流入する液相材料を貯める圧力室、
- 2) 変形することにより当該圧力室の体積を変化させることが可能に構成された振動板、
- 3) 制御信号に対応した体積変化を生じ振動板を変形させることが可能に振動板に形成された圧電体素子、を備えている。これはピエゾジェット式の構造に関する。

【0014】例えば、流量制御バルブの液滴出力構造は、流入する前記液相材料に熱エネルギーを与える熱エネルギー発生体を備えている。これはバブルジェット式の構造に関する。

【0015】上記第2の課題を解決する発明では、流量制御バルブは、制御信号に対応して液滴を個別に出力可能に構成された液滴出力構造を複数備える。そして、制御装置は、制御流量に応じて複数の液滴出力構造から1以上を選択して液滴を出力させる制御信号を出力する。

【0016】また他の構成として、流量制御バルブは、制御信号に対応して液滴を互いに異なる単位時間当たりの液量で個別に出力可能に構成された液滴出力構造を備える。そして、制御装置は、制御流量に応じて異なる流量を出力する液滴出力構造から1以上を選択して液滴を出力させる制御信号を出力する。

【0017】上記第3の課題を解決する発明は、流量制御バルブにより制御された流量で出力された液相材料に、気化させるためのエネルギーを供給する気化装置を



さらに備える本発明のマスフローコントローラを備えた液相材料気化供給装置である。「気化装置」とは、着弾した液滴または飛翔中の液滴に熱や光等のエネルギーを供給可能に構成される。

【0018】また上記液相材料気化供給装置は、

- 1) 液相材料を貯蔵しその一部を流量制御バルブに供給するための圧力容器、
- 2) 圧力容器に所定のガスを注入して圧力容器の内圧を制御する加圧ガス供給系、を備えていてもよい。

【0019】さらに上記液相材料気化供給装置は、圧力容器から供給された液相材料の圧力を流量制御バルブに

入力可能な圧力に減圧するレギュレータをさらに備えていてもよい。

【0020】他の上記第3の課題を解決する発明は、本発明のマスフローコントローラまたは液相材料気化供給装置を備え、流量制御バルブから流量制御されて出力された液相材料を使用して薄膜を形成可能に構成されている薄膜形成装置である。「薄膜形成装置」とは、真空蒸着装置やスパッタ装置などの物理蒸着可能な製造装置、CVD膜成長装置などの気相成長装置、酸化炉その他の気相材料または微小液滴粒子を使用して薄膜形成が可能に構成されている装置をいう。

【0021】上記第1の課題を解決する発明は、液相材料の流量を制御する流量制御方法であって、流入した液相材料を液滴として出力する液滴出力構造を備える流量制御バルブに、液相材料を所定流量で流出させるための制御信号を供給することを特徴とする流量制御方法である。

【0022】上記第2の課題を解決する発明では、流量制御バルブは、複数の液滴を個別に出力可能に構成されているものであって、制御信号は、当該流量制御バルブに対し、制御流量に応じて1以上の液滴を選択して出力させるものである。

【0023】また上記第2の課題を解決する他の発明では、流量制御バルブは、互いに異なる単位時間当たりの液量で液滴を個別に出力可能に構成されているものであって、制御信号は、当該流量制御バルブに対し、制御流量に応じて異なる流量から1以上を選択して出力させるものである。

【0024】

【発明の実施の形態】次に本発明の好適な実施の形態を、図面を参照しながら説明する。

(実施形態1) 本発明の実施形態1は、薄膜形成装置の材料導入装置として使用可能なマスフローコントローラに関する。図1に、実施形態1の流量制御機構の構成図を示す。本流量制御機構は、図1に示すように、マスフローコントローラ1、加圧ガス供給系12、液体容器13、バルブ14およびレギュレータ15から構成されている。

【0025】マスフローコントローラ1は、流量制御バ

ルブ10および制御装置11により構成されている。流量制御バルブ10は、液相材料を入力して液滴として出力可能な構成を備えている。具体的には、図2および図3に示すようなインクジェット式記録ヘッドと類似した構造を備えている。すなわち流量制御バルブ10は、ノズルプレート110、圧力室基板120、振動板130および圧電体素子140などを備えている。

【0026】圧力室基板120は、シリコン基板をエッチングにより特殊形状に整形して製造されるものであり、圧力室(キャビティ)121、供給口122およびリザーバ123が形成されている。圧力室121は、出力前の液相材料を貯流する空間領域であり、振動板130の振動に連れて内圧が変化するように構成されている。供給口122は、リザーバ123に流入した被制御流Finを圧力室121に供給する通路となっている。リザーバ123は、レギュレータ15から供給された液相材料を貯流可能になっている。

【0027】振動板130は、弾性を有する材料、例えば酸化珪素により形成されており、圧力室121の一面をなし、振動することにより圧力室の内圧を変化させることが可能に設けられている。

【0028】圧電体素子140は、下部電極141、圧電体薄膜142および上部電極143により構成されており、両電極間に駆動電圧Shを印加することにより体積変化を生ずるように構成されている。下部電極141および上部電極143は、安定した物質、例えば白金を組成とし、スパッタ法などで形成されている。圧電体薄膜142は、ペロブスカイト結晶構造を持つ強誘電体、例えばジルコン酸チタン酸鉛(PZT)の結晶からなり、振動板130上に所定の形状で形成されて構成されている。図2では下部電極141が共通電極として広い領域に設けられているが、上部電極143と同じ形状にパターンニングされていてもよい。

【0029】ノズルプレート110は、圧力室基板120に複数設けられた圧力室121の各々に対応する位置にそのノズル111が配置されるよう、圧力室基板120と貼り合わせられている。上記圧力室121、供給口122、圧電体素子140およびノズル111により、液滴を吐出するための最小単位である本発明の液滴出力構造が構成されている。ノズルプレート110に設けられるノズル111には、いくつかの異なる径が設定されている。ノズル径は一回の圧電体素子140の駆動によって吐出される液相材料の液量に対応している。このためどの圧電体素子140を駆動するかによって液滴の液量を変更させることが可能に構成されている。

【0030】制御装置11は、コンピュータ装置としての構成を備えている。すなわち図示しないがCPU、RAM、ROM、固定ディスク、インターフェースなどを備え、製造手順を時系列で指示するプログラムを実行することにより、所定のタイミングで対応する駆動信号S

hを流量制御バルブ10に出力可能に構成されている。

【0031】加圧ガス供給系12は、液体容器13内の被制御液体材料17に一定の圧力を加える機構を備え、例えばコンプレッサおよびレギュレータにより液体容器13内部が一定圧力に維持されるように加圧ガスを供給するようになっている。供給する加圧ガスは、液体材料17に溶けたり反応したりしない安定したガスである。液体容器13は、流量制御後に制御流利用系16で使用する液体材料17を密閉貯蔵するもので、加圧ガス供給系12で加えられる圧力に十分耐える構造を備えている。バルブ14は、液体容器13中から押し上げられる被制御液体材料17を導くパイプに接続され、液体材料17の供給を手動で制御可能に構成されている。レギュレータ15は、液体容器13から供給される液体材料17の圧力が流量制御バルブ10に inputs するには高すぎる場合に、その被制御流を減圧可能になっている。ただし液体容器13から出力される被制御流が直接流量制御バルブ10に input 可能な適正な圧力を備えているのであれば、このレギュレータ15は不要な構成要素である。

【0032】液体材料17は、これを利用する制御流利用系16で使用する材料であることはもちろんであるが、常温で動作する流量制御バルブ10によってノズルから吐出可能な粘度を備えている必要がある。すなわち、液体材料17は、常温常圧で液相であって、その粘度が数cP以下であることが好ましい。このような液体材料17として、例えばテトラエチルオルトシリケート(TEOS)が挙げられる。TEOSは、常温で粘度が

$$V = b_1 \cdot P_1 \cdot V_1 + b_2 \cdot P_2 \cdot V_2 + \dots + b_n \cdot P_n \cdot V_n$$

$$= \sum_{m=1}^n b_m \cdot P_m \cdot V_m$$

【0036】となる。ノズルからの液滴量 $V_m$ は、ノズル111の径および圧力室121の構造などにより定まる物理定数と考えられる。上記式において、各圧電体素子140の駆動の有無( $b_m$ )、供給する駆動信号 $S_h$ のパルス数(周波数)( $P_m$ )を適宜変更すれば、全体の制御流量を変化させることができる。したがって、制御装置11が、予定制御流量に対応させて上記変数を調整した制御信号 $S_h$ を流量制御バルブ10に供給すれば、予定通りの流量で液体材料17を吐出させることができる。

【0037】各圧力室に着目すると、上記式で $b_m = 1$ とされた圧電体素子では、駆動信号 $S_h$ のパルスが供給されるたびに、図2に示すように圧電体素子140がD1の方向に変形する。圧電体素子140は振動板130に密着されているので、圧電体素子140が変形すると振動板130もD2の方向に撓む。この動作により、圧力室121内部の内圧が高められ、ノズル111から液体材料17の液滴が制御流 $F_{out}$ として出力される。

【0038】上記したように本実施形態1によれば、駆

0.5~0.8cPと、本発明の流量制御バルブから出力させるために適した粘性を備える。TEOSは、半導体ウエハ面に酸化珪素膜を蒸着法により形成するために使用される。

【0033】(作用)上記構成において、加圧ガス供給系12を駆動させて一定圧力を液体容器13に供給すると、加圧ガスの圧力に押されて液体材料17がパイプを上昇する。バルブ14が開放されると、液体材料17はレギュレータ15に供給され減圧され、被制御流として本発明のマスフローコントローラ1に供給される。

【0034】マスフローコントローラ1では、制御装置11がプログラムで指定された制御流量を参照し、適当な駆動信号 $S_h$ を生成することで、流量制御を行う。ここで流通制御バルブ10が $n$ 個( $n$ は自然数)の液滴出力構造(第1番目から第 $n$ 番目)を備えているものとする。第 $m$ 番目( $1 \leq m \leq n$ )の液滴出力構造に対して加えられる駆動信号 $S_h$ が有する単位時間当たりのパルス数を $P_m$ とする。第 $m$ 番目の圧電体素子140が駆動され、圧力室121の内圧が高まることによりそのノズル111から吐出される1つの液滴量を $V_m$ とする。さらに、ノズル使用の有無を決定する係数 $b_m$ について、第 $m$ 番目の圧電体素子を有効にする場合には $b_m = 1$ 、無効とする場合には $b_m = 0$ とおくものとする。このとき、総制御流 $\Sigma F_{out}$ の単位時間当たりの流量(すなわち流速) $V$ は、

【0035】

【数1】

$$V = b_1 \cdot P_1 \cdot V_1 + b_2 \cdot P_2 \cdot V_2 + \dots + b_n \cdot P_n \cdot V_n$$

動信号の供給のみで液体材料の流量を制御できるので、従来のマスフローコントローラのように供給経路の温度制御が不要であり、流量変動が生ぜずエネルギーを浪費することもない。また、従来の液体材料気化供給装置に使用されていたような加熱式のタンクも不要である。したがって、マスフローコントローラを含めた液体材料供給機構の構成をコンパクトにできる。

【0039】特に本実施形態1によれば、制御流が微細な径の液滴となるため、気相と液相の中間的な状態で供給される。したがって気化处理をすることなく、薄膜形成装置などの反応室に直接供給可能であるため、気化に必要な装置やエネルギーを従来より節約することも可能である。

【0040】また、駆動信号としてパルス数を変更すれば、単位時間に出力される制御流量を変更可能である。駆動信号として複数の流量制御構造において液滴量を異ならせれば、パルスを供給する圧電体素子を選択することで、パルス一回当たり出力される制御流量を変更可能である。

【0041】また本実施形態1によれば、制御流量を通常に使用される流量（数SCCM乃至数100SCCM）から $10^{-9}$  SCCMのオーダーまで非常に広い範囲で制御可能である。図2に示すノズル111の径は数 $\mu\text{m}$ 乃至数 $\text{mm}$ の範囲で選択できる。そして当該ノズルから液滴を吐出させるためのパルス周波数は、 $10^0$ 乃至 $10^4\text{Hz}$ の範囲で選択可能である。例えば、直径数 $\mu\text{m}$ のノズルから直径 $10\mu\text{m}$ の球状の液滴を吐出させることが可能である。この液滴の体積は約 $0.5 \times 10^{-9}\text{CC}$ である。この液滴が1分間に数個吐出されるとすると、流量は $10^{-9}$  SCCMのオーダーになる。したがってノズル径、パルスの周波数、ノズルの数を適当に選択することにより従来品では不可能であった極微量の流量制御が可能となる。

【0042】このような極微量の流量制御を、例えばCVD装置などによる薄膜形成に用いれば、品質の優れた薄膜や厚さ方向に膜質が変化する薄膜などを精度よく形成できる。

【0043】さらに、本発明のマスフローコントローラを使用すれば、不純物拡散装置に対し、従来より低濃度の不純物を拡散することも可能となる。例えば、従来 $1 \times 10^{20}/\text{cm}^3$ 以上の不純物濃度しか扱えなかったところ、このマスフローコントローラによれば、 $1 \times 10^{17}/\text{cm}^3 \sim 1 \times 10^{19}/\text{cm}^3$ のような低濃度の拡散も可能となる。

【0044】（実施形態2）本発明の実施形態2は、上記実施形態1の流量制御機構にさらに気化手段を備えた液相材料気化供給装置に関する。図4に、実施形態2の液相材料気化供給装置の構成図を示す。本液相材料気化供給装置は、図4に示すように、マスフローコントローラ1、加圧ガス供給系12、液体容器13、バルブ14、レギュレータ15、液滴気化装置20およびヒータ21から構成されている。マスフローコントローラ1、加圧ガス供給系12、液体容器13、バルブ14およびレギュレータ15については上記実施形態1と同様なので、同一の符号を付してその説明を省略する。

【0045】液滴気化装置20は、流量制御バルブ10から出力された制御流を気化させる装置であり、所定のエネルギーを制御流に供給可能に構成されている。エネルギーの供給は光や熱による方法が考えられる。例えばヒータによる加熱やレーザ光照射、ランプ照射が可能に構成されている。さらに具体的には、流量制御バルブ10のノズル111から出力された液滴をプレート上に着弾させてから気化する構造の他、液滴の飛翔中に熱または光で気化させる構造が採用可能である。ただし、液滴気化装置の構造に限定はなく、液滴を気化ガスに変化させることが可能な構成ならば、本実施形態に適用可能である。

【0046】ヒータ21は、薄膜形成装置等に供給される気化ガスの供給経路全体にわたって加熱可能に構成されている。ただし、本発明のマスフローコントローラ1

は液相材料のまま入力可能に構成されるため、従来のマスフローコントローラに比べ、液体材料を貯蔵する液体容器13から遠く離して配置することが可能である。このため、マスフローコントローラ1を薄膜形成装置の近傍に配置することにより、気化ガスの供給経路を極力短くすることが可能である。よって、ヒータ21の装備するパイプの長さは、従来のものに比べはるかに短くすることが可能である。

【0047】上記したような実施形態2によれば、上記実施形態1と同様の効果を奏する他、マスフローコントローラを液相で流量制御可能に構成したので気化装置を薄膜形成装置等の近くに配置することが可能である。したがって従来同様の気化装置を備えた場合であっても、気化ガスとした後に必要とされる恒温化用ヒータの長さを極力短くすることが可能である。よって、温度制御が容易で、流量変動やエネルギーの無駄が少ない液相材料気化供給装置を提供可能である。

【0048】（その他の変形例）本発明は上記実施形態の構成に拘束されることなく、種々に変形して適用することが可能である。例えば、流量制御バルブの構造は、上記実施形態1のようなオンデマンド形のピエゾジェット方式の他に、連続的に液滴を出力するコンティニュアス型のピエゾジェット方式であってもよい。また、発熱手段により液相材料に気泡を生じさせてその圧力で液滴を吐出させるバブルジェット方式を採用してもよい。

【0049】また、マスフローコントローラまでの液体材料の供給構造も、種々に設計変更可能である。例えば常圧供給が可能であれば、インクジェット式記録ヘッドにおけるインクタンクのように液体容器を流量制御バルブの上に配置し、液体材料が自重で流量制御バルブ10に供給されるように構成してもよい。また、本発明のマスフローコントローラから出力される制御流は、薄膜形成装置の反応室に直接供給可能な微小な液滴で構成されているので、本マスフローコントローラを反応室への材料導入部に配置することにより、全体で一つの薄膜形成装置を構成させてもよい。

#### 【0050】

【発明の効果】本発明によれば、液相材料の流れを液滴に変換可能な構成を備えたので、温度制御を容易にし、流量変動やエネルギー浪費を抑え、信頼性を高めることのできるマスフローコントローラおよび流量制御方法を提供することができる。本発明によれば、液滴の数や液量を変更することにより流量制御可能に構成したので、温度制御を容易にし、流量変動やエネルギー浪費を抑え、信頼性を高めることのできるマスフローコントローラおよび流量制御方法を提供することができる。本発明によれば、本発明のマスフローコントローラを備え、さらにこれに適する構造を備えたので、温度制御を容易にし、流量変動やエネルギー浪費を抑え、信頼性を高めることのできる液相材料気化供給装置および薄膜形成装置

を提供することができる。

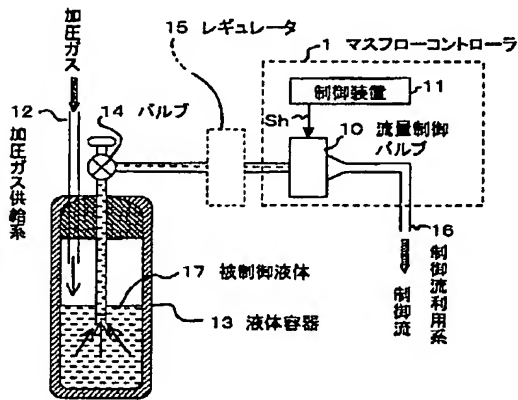
【図面の簡単な説明】

【図 1】 本発明の実施形態 1 における液相材料気化供給装置の構成図である。

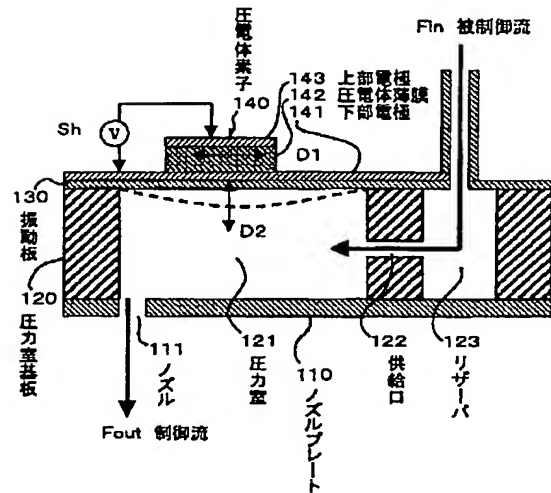
【図 2】 流量制御バルブの具体的構造を説明する断面図である。

【図 3】 流量制御バルブの具体的構造を説明する主要部の斜視図一部断面図である。

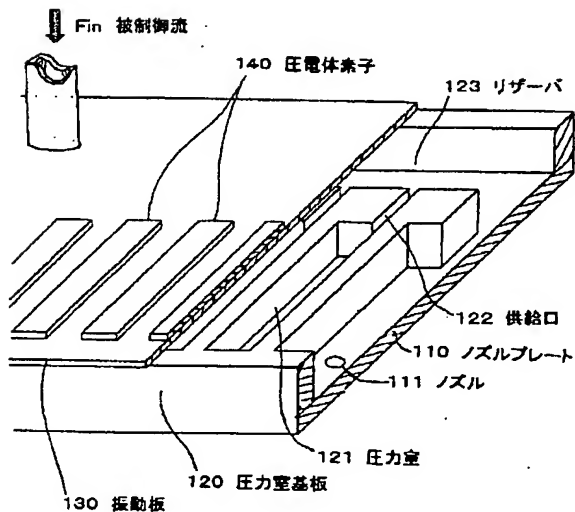
【図 1】



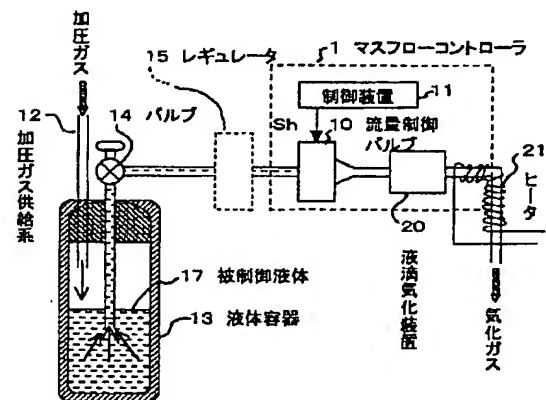
【図 2】



【図 3】



【図 4】



【図 5】

